

Abstract attached

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-304263

⑨ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)12月12日

G 03 G 5/05
5/06

1 0 2

7381-2H
7381-2H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 光導電性顔料分散液の処理方法

⑮ 特 願 昭62-140089

⑯ 出 願 昭62(1987)6月5日

⑰ 発 明 者 角 野 文 男 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
⑱ 発 明 者 河 原 英 雄 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
⑲ 出 願 人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
⑳ 代 理 人 弁理士 山下 稔平

明 細 書

1. 発明の名称

光導電性顔料分散液の処理方法

2. 特許請求の範囲

(1) 機械的分散法により得られた光導電性顔料分散液を溶剤で使用濃度までに希釈する工程の前に、この顔料分散液を超音波処理することを特徴とする光導電性顔料分散液の処理方法。

(2) 機械的分散法により得られた光導電性顔料分散液を溶剤で使用濃度までに希釈する工程の前に、この顔料分散液を超音波処理し、さらに遠心分離処理を施すことを特徴とする光導電性顔料分散液の処理方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は電子写真感光体の製造に必要な光導電性顔料分散液の処理方法に関する。

〔従来の技術〕

従来、無機光導電物質を用いた電子写真感光体としては、セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛等を用いたものが汎用されてきた。

一方、有機光導電物質を用いた電子写真感光体としては、ポリ-N-ビニルカルバゾールに代表される光導電性ポリマーや2,5-ビス(P-ジエチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾールの如き低分子の有機光導電物質を用いたもの、更には、斯る有機光導電物質と各種染料や顔料を組み合わせたもの等が知られている。

有機光導電物質を用いた電子写真感光体は成膜性が良く、塗工により生産できる事、極めて生産性が高く、安価な感光体を提供できる利点を有している。又、使用する染料や顔料等の増感剤の選択により、感色性を自在にコントロールできる等

の利点を有し、これまで幅広い検討がなされてきた。特に、最近では、有機光導電性顔料からなる層を電荷発生層とし、これに前述の光導電性ポリマーや低分子の有機光導電物質等からなる電荷輸送層を積層した機能分離型感光体の開発により、従来の有機電子写真感光体の欠点とされていた感度や耐久性に著しい改善がなされ、実用化が促進される様になってきた。更に、機能分離型感光体に適応する各種の化合物および顔料も既に見いだされている。

このような機能分離型感光体は、電荷発生層と電荷輸送層の少くとも2層構成からなるため、電荷発生層の光吸収で生じた電荷キャリアが電荷輸送層に注入され、感光体表面電荷を消失せしめ静電コントラストを生じることになるが、その過程において電荷発生層が担う役割は極めて重要である。即ち電荷キャリアをいかに多く均一に発生するか、発生した電荷キャリアをいかに効率よく電荷輸送層に注入するか、また、逆電荷キャリアをいかにスムーズに支持体に流すかなどいわゆる静電特性、

画像特性等の電子写真特性の多くは、電荷発生層に食う所が多い。

一般的には、電荷発生層が均一で、かつ極めて薄く平滑に形成されている程、従って必然的に電荷発生粒子が細かい程、電子写真特性は良好になると考えられている。従って実用化における最大の問題点は極薄層をいかに安定して得るかにあり、そのためには、電荷発生物質たる顔料をいかに微粒子状に分散させるかという分散性の問題、分散液を凝集性のない安定な液として製造する分散安定性の問題が解決されなければならない。

分散液の製造法としては、顔料をバインダーとともにサンドミル、ボールミル、ローミル、アトライター等によって機械的に粉碎していき、比較的高濃度の分散液を得てから塗工に適した濃度に調整するというやり方が一般的である。

この段階で、従来いわゆる溶剤ショックといわれている現象が生じ易く、分散終了後の分散液に溶剤を添加すると顔料粒子が凝集傾向を示すことがある。

このような溶剤ショックを起した分散液では、均一で平滑な電荷発生層が得られないばかりでなく、液の安定性においても問題が生じる。

また、通常の機械的分散方法においては、ガラス、セラミック、金属等の分散媒体が使用されるが、それらの摩耗粉が分散液中に混入すると電子写真特性が低下するので、それらを遠心分離等の方法によって除去する工程が必要である。

遠心分離は、分散終了時の濃度のままでは通常高すぎて分離効率が悪いため、溶剤で希釈してから行なわれるが、この場合も溶剤ショックが生じると遠心分離によって、分散媒体の摩耗粉のみでなく顔料も沈降してしまうという問題が生じる。その対策として分散濃度を下げて、希釈する割合を小さくすれば溶剤ショックは小さくなるが、生産性が低下するという問題が生じる。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明の目的は、溶剤ショックが起らないようにした光導電性顔料分散液を得ること、これによって均一で平滑な電荷発生層の形成を可能にした

光導電性顔料分散液の処理方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段および作用〕

本発明の第1の光導電性顔料分散液の処理方法は、機械的分散法によって得られた光導電性顔料分散液を溶剤で使用濃度にまで希釈する工程の前に、この顔料分散液を超音波処理することを特徴とする。

また本発明の第2の光導電性顔料分散液の処理方法は、上記第1における超音波処理された光導電性顔料分散液を、さらに遠心分離処理することとを特徴とする。

本発明によれば、分散後の光導電性顔料分散液に、その分散系が最大の吸収を示す周波数の超音波を照射し、しかるのちこの顔料分散液を溶剤で希釈することにより、溶剤ショックのない光導電性顔料分散液が得られ、遠心分離しても顔料の沈降の少ない安定した分散液が得られる。

ただし、分散終了後の光導電性顔料分散液を塗工に適した濃度に希釈する段階は一段階に留まら

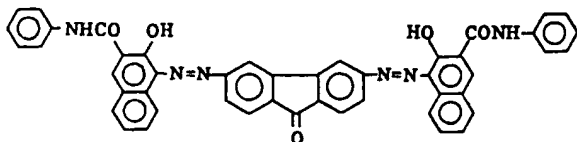
ず、多段階でもよく、超音波照射はその希釈過程のいずれかの段階に入れることで効果を示す。

実施例

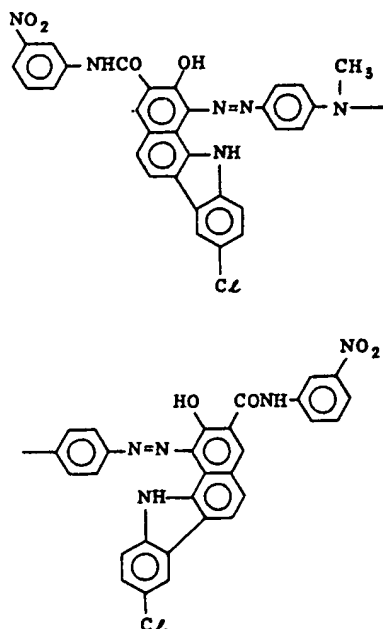
以下、実施例に基づいて本発明をさらに具体的に説明する。

実施例 1

下記構造式のジスアゾ顔料を10部(重量部、以下同じ)、酢酸セルロース樹脂(商品名:



CAB-381 イーストマン化学)6部、およびシクロヘキサノン60部を1φガラスビーズを用いたサンドミル装置で20時間分散した。分散終了後、ガラスビーズを分離して濃度と分散粒径を測定したところ、22.3%(重量%、以下同じ)で0.08μであった。粒度分布の測定には沈降式の粒度分布測定機(CAPA 500:堀場製作所)を用いた。



測定したところ、13.1%で0.28μであった。その後メチルエチルケトンで希釈して濃度6.0%とした時点で実施例1と同様に超音波を照射したあ

上記分散液100φをとり、超音波発生機(東陽理工製作所:周波数20kHz:電気出力400W)にセットして10分間超音波照射し、その後メチルエチルケトン1000φを攪拌しながら徐々に添加して濃度2.0%まで希釈したところ、粒径は0.11μであった。一方、比較のため、分散終了後の液に超音波照射することなく直接メチルエチルケトンで濃度2.0%まで希釈したところ、粒径は0.8~1.0μという値を示し、かつ調整後時間を経るに連れて粒径が大きくなる傾向を示した。更にアルミニウム基板上に200mg/m²の厚さに塗工して塗面を観察したところ、超音波照射したものは、しないものに比較して平滑で光沢が高いことが認められた。

実施例 2

下記構造式のジスアゾ顔料を10部、アチラール樹脂(商品名BM-2 積水化学)4部、およびシクロヘキサノン126部を1φガラスビーズを用いたサンドミル装置で50時間分散した。分散終了後、ガラスビーズを分離して濃度と分散粒径を

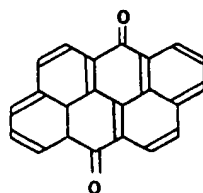
と、遠心分離装置(日立製作所 18PR-52型)で5000rpm 30分間の処理をおこなった。上記過程の粒径・濃度の変化は、60%希釈時粒径0.42μ、超音波照射後粒径0.25μ、遠心分離処理後粒径0.22μ遠心分離処理に伴う顔料粒子の沈降割合14%であった。一方、比較のため超音波処理なしで遠心分離処理した場合の粒径・濃度の変化は、6%希釈時粒径は同じく0.42μであり、遠心分離処理後の粒径は0.23μ、遠心分離処理に伴う顔料粒子の沈降割合57%であった。このことからわかる様に遠心分離処理の前に超音波照射することにより顔料粒子が沈降するのを防止する効果がある。ビーズ摩耗粉の除去効率は超音波を照射しても低下することなく、上記条件の遠心分離で分散液中の灰分は0.03%以下となる。遠心分離後の分散液を更に塗工に適した濃度である2.0%まで希釈したところ、超音波処理を経たものは粒径0.25μ、経ないものは0.31μで経時による粒径の増加傾向も顕著に認められた。

その後、φ60mm×L260mmのアルミニウムシリ

ンダーにポリアミド系樹脂の下引き層をコーティングした基体に上記分散液を浸漬塗布し、更にヒドラゾン系化合物とポリカーボネートよりなる電荷輸送層を積層して、発振波長 $788\mu\text{m}$ の半導体レーザーを搭載したレーザービームプリンターで画像を出したところ、超音波処理を経たものは経ないものに比べてベタ黒画像のガサツキ、ベタ白画像のカブリ、細線の解像力等において優れていることが認められた。

実施例 3

下記構造式の多環キノン顔料を10部、ポリカーボネート（ビスフェノールAタイプ；三菱ガス



化学) 4部、およびシクロヘキサノン60部を 1ϕ ガラスビーズを用いたサンドミル装置で20時間分散した。分散終了後、ガラスビーズを分離して濃度と分散粒径を測定したところ、19.2%で 0.21μ であった。この分散液100 ϕ をとり、実施例1と同じ条件で超音波処理したところ、粒径は 0.18μ であり、その後テトラヒドロフランを添加して濃度2.0%まで希釈したところ粒径は 0.26μ であった。

一方比較のため超音波処理せず希釈したところ、粒径は 0.55μ という値を示した。更にアルミニウム基板上に $200\text{mg}/\text{m}^2$ の厚さに塗工して塗面を観察したところ、超音波照射したものは、しないものに比較して平滑で光沢が高いことが認められた。
〔発明の効果〕

本発明の処理方法によれば溶剤ショックが起らない光導電性顔料分散液が得られ、これを電子写真感光体の製造に使用すれば、均一で平滑な電荷発生層を形成することが可能となる。



Generate Collection

Print

L2: Entry 12 of 21

File: DWPI

Dec 12, 1988

DERWENT-ACC-NO: 1989-029297

DERWENT-WEEK: 198904

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Treatment of photoconductive pigment dispersion - includes applying ultrasonic wave treatment before dilution to use concn.

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

CANON KK

CANO

PRIORITY-DATA: 1987JP-0140089 (June 5, 1987)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC



JP 63304263 A

December 12, 1988

004

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP 63304263A

June 5, 1987

1987JP-0140089

INT-CL (IPC): G03G 5/05

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63304263A

BASIC-ABSTRACT:

Ultrasonic wave treatment is applied to a photoconductive pigment dispersion obtd. by mechanical dispersing method before diluting the dispersion down to use concn. with a solvent.

USE/ADVANTAGE - The method is applied to a photoconductive pigment dispersion required for mfg. electrophotographic photosensitive bodies. The method produces a photoconductive pigment dispersion causing no solvent shock (showing a tendency of aggregating pigment grain when the solvent is added to the dispersion). Employing the dispersion for mfg. electrophotographic photo sensitive bodies forms a uniform and smooth electric charge generating layer.

In an example, a polycyclic quinone pigment (10 pts.) polycarbonate (4 pts.) and cyclohexanone (60 pts.) are dispersed for 20 hours in sand mill equipment employing glass beads. The glass beads are sepd. and show a concnc. of 19.2% and a dispersed grain dia. of 0.21 microns. Ultrasonic treatment is applied to the dispersion (100g) resulting in a grain dia. of 0.18 microns. THF is added to the dispersion. The dispersion is diluted until a concn. of 2.0% resulting in a grain dia. of 0.26 microns. Diluted dispersion without the ultrasonic treatment shows a grain dia. of 0.55 microns.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: TREAT PHOTOCONDUCTIVE PIGMENT DISPERSE APPLY ULTRASONIC WAVE TREAT DILUTE CONCENTRATE

DERWENT-CLASS: A89 G08 P84 S06

CPI-CODES: A12-L05D; G06-E; G06-E04; G06-F06;